

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-219317

(43)Date of publication of application : 06.08.2002

(51)Int.Cl.

B01D 39/20

F01N 3/02

(21)Application number : 2001-018535

(71)Applicant : IBIDEN CO LTD

(22)Date of filing : 26.01.2001

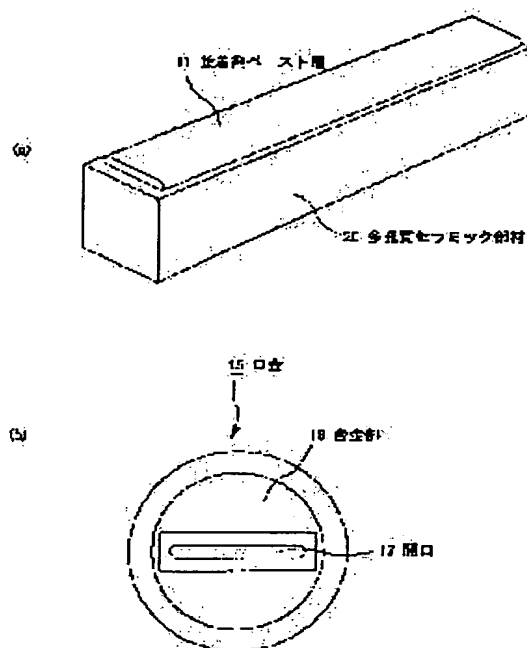
(72)Inventor : YAMAZAKI AKIKO
IDEI TORU

(54) METHOD FOR MANUFACTURING CERAMIC STRUCTURE

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for manufacturing a ceramic structure excellent in the adhesive strength between porous ceramic members, having uniform internal heat conductivity and hard to generate damage or the like.

SOLUTION: In a method for manufacturing the ceramic structure constituted so that a plurality of square pillar-shaped porous ceramic members having a large number of open pores and parallelly arranged in the longitudinal direction thereof are bundled through an adhesive layer and function as a particle collecting filter, an adhesive paste layer is formed to the side surface of each of the porous ceramic members so as to become 60% or more of the total area of the side surface of each of the porous ceramic members and other porous ceramic member is subsequently laminated to the adhesive paste coated porous ceramic member. This process is repeated to assemble a ceramic block.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

27.07.2004

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開 2002-219317

(P 2002-219317 A)

(43) 公開日 平成14年8月6日 (2002. 8. 6)

(51) Int. Cl. ⁷	識別記号	F I	テーマコード* (参考)
B 01 D 39/20		B 01 D 39/20	D 3G090
F 01 N 3/02	3 0 1	F 01 N 3/02 3 0 1	B 4D019

審査請求 未請求 請求項の数 4

O L

(全 9 頁)

(21) 出願番号 特願2001-18535 (P2001-18535)

(22) 出願日 平成13年1月26日 (2001. 1. 26)

(71) 出願人 000000158

イビデン株式会社

岐阜県大垣市神田町2丁目1番地

(72) 発明者 山崎 明子

岐阜県揖斐郡揖斐川町北方1-1 イビデン

株式会社大垣北工場内

(72) 発明者 出井 通

岐阜県揖斐郡揖斐川町北方1-1 イビデン

株式会社大垣北工場内

(74) 代理人 100086586

弁理士 安富 康男 (外2名)

F ターム (参考) 3G090 AA02

4D019 AA01 BA05 BB06 BC12 BD01

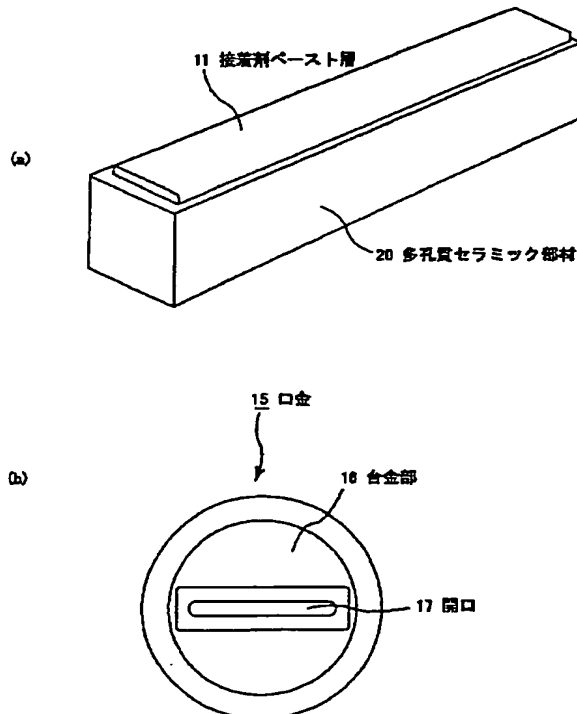
CA01 CB06

(54) 【発明の名称】 セラミック構造体の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 多孔質セラミック部材間の接着強度に優れるとともに、内部の熱伝導率が均一で、破損等が発生しにくいセラミック構造体の製造方法を提供する。

【解決手段】 多数の連通した開孔を有し、長手方向に並設された角柱形状の多孔質セラミック部材が接着層を介して複数個結束され、上記多孔質セラミック部材が粒子捕集用フィルタとして機能するように構成されたセラミック構造体の製造方法であって、上記多孔質セラミック部材の側面に、該側面の総面積の60%以上となるように接着剤ペースト層を形成した後、他の多孔質セラミック部材を積層する工程を繰り返して、セラミックブロックを組み上げる工程を含むことを特徴とするセラミック構造体の製造方法。



【特許請求の範囲】

【請求項 1】 多数の連通した開孔を有し、長手方向に並設された角柱形状の多孔質セラミック部材が接着層を介して複数個結束され、前記多孔質セラミック部材が粒子捕集用フィルタとして機能するように構成されたセラミック構造体の製造方法であって、前記多孔質セラミック部材の側面に、該側面の総面積の 60% 以上となるように接着剤ペースト層を形成した後、他の多孔質セラミック部材を積層する工程を繰り返して、セラミックブロックを組み上げる工程を含むことを特徴とするセラミック構造体の製造方法。

【請求項 2】 多孔質セラミック部材の側面に、該側面の総面積の 80~90% となるように接着剤ペースト層を形成する請求項 1 記載のセラミック構造体の製造方法。

【請求項 3】 接着剤ペースト層は、その厚さが 0.3~3mm である請求項 1 又は 2 記載のセラミック構造体の製造方法。

【請求項 4】 接着剤ペースト層は、一列で形成される請求項 1~3 のいずれか 1 記載のセラミック構造体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、内燃機関から排出される排気ガス中のパティキュレート等を除去するフィルタとして用いられるセラミック構造体の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 バス、トラック等の車両や建設機械等の内燃機関から排出される排気ガス中に含有されるパティキュレートが環境や人体に害を及ぼすことが最近問題となっている。この排気ガスを多孔質セラミックを通過させることにより、排気ガス中のパティキュレートを捕集して排気ガスを浄化するセラミックフィルタが種々提案されている。

【0003】 これらのセラミックフィルタを構成する多孔質セラミック部材は、通常、一方向に多数の貫通孔が並設され、貫通孔同士を隔てる隔壁がフィルタとして機能するようになっている。すなわち、多孔質セラミック部材に形成された貫通孔は、排気ガスの入り口側又は出口側の端部のいずれかが充填材により目封じされ、一の貫通孔に流入した排気ガスは、必ず貫通孔を隔てる隔壁を通過した後、他の貫通孔から流出するようになっており、排気ガスがこの隔壁を通過する際、パティキュレートが隔壁部分で捕捉され、排気ガスが浄化される。また、この排気ガスの浄化作用に伴い、特に排気ガスの流入側の隔壁には、上記パティキュレートが多く捕集、堆積するため、次第に目詰まりを起し、通気を妨げるようになる。そのため、このようなセラミックフィルタには、定期的に隔壁に堆積したパティキュレートをバー

ナーやヒータ等の加熱手段によって燃焼除去する再生処理が必要となる。

【0004】 従来、このようなセラミックフィルタとして機能するセラミック構造体を製造する際には、まず、セラミック粉末とバインダーと分散媒液等とを混合してセラミック成形体作製の混合組成物を調製した後、この混合組成物の押出成形等を行うことにより、セラミック成形体を作製する。

【0005】 次に、得られたセラミック成形体を乾燥させた後、セラミック成形体中のバインダー等を熱分解させる脱脂工程及びセラミックの焼成を行う焼成工程を経て、多孔質セラミック部材を製造する。

【0006】 そして、これらの多孔質セラミック部材を接着剤層を介して複数結束した後、所定形状に切削してセラミックブロックを作製し、このセラミックブロックの外周部分にシール材層を設けることでセラミック構造体を製造していた。

【0007】 ここで、多孔質セラミック部材を複数個結束する際には、図 5 に示したように、まず、多孔質セラミック部材 40 が斜めに傾斜した状態で積み上げることができるように、断面が V 字形状に構成された台 60 の上に、その側面に接着剤ペースト層 41 を 2 列で塗布した多孔質セラミック部材 40 を傾斜した状態で載置した後、この接着剤ペースト層 41 の上に、他の多孔質セラミック部材 40 を積層する工程を繰り返していた。なお、接着剤層 41 は、多孔質セラミック部材 40 を積層するとともに、図示しない接合装置を用いて、多孔質セラミック部材 40 に押圧力を加えつつ、振動を付与して接着剤ペースト層 41 を押し広げることで形成される。

【0008】 図 4 (a) は、多孔質セラミック部材の側面に接着剤ペースト層を塗布した様子を模式的に示した斜視図であり、(b) は、上記接着剤ペースト層を塗布する際に使用した口金の一例を模式的に示した正面図である。なお、図 4 (a) 中、多孔質セラミック部材 40 に形成した貫通孔は省略している。

【0009】 図 4 (a) に示したように、従来の接着剤ペースト層 41 は、多孔質セラミック部材 40 の側面に二列に並んで形成されており、このような接着剤ペースト層 41 を形成する際には、図 4 (b) に示したような、台金部 46 の中央付近に平行に並んだ開口 47 が形成された口金 45 を使用する。

【0010】 多孔質セラミック部材 40 の側面に接着剤ペースト層 41 を形成する具体的な方法としては、例えば、口金 45 を、接着剤ペースト層 41 となる接着剤ペーストが充填された定量吐出ポンプ等の先端に取り付ける。そして、開口 47 から上記接着剤ペーストを多孔質セラミック部材 40 の側面に所定の位置及び量で押し出すことで、図 4 (a) に示したような 2 列の接着剤ペースト層 41 を形成していた。

【0011】しかしながら、このような方法で多孔質セラミック部材 40 の側面に接着剤ペースト層 41 を塗布し、多孔質セラミック部材 40 を積層し接着剤層 410 (図 5 参照) を形成した際、側面の総面積に対する接着剤ペースト層 41 の塗布面積の割合が 50 % 程度と小さかったため、接着剤層 410 が多孔質セラミック部材 40 の側面の辺部にまで形成されず、溝状の隙間が形成されたり、多孔質セラミック部材 40 の側面の中央付近に空洞状の接着剤ペースト未充填部が形成されてしまうことがあり、多孔質セラミック部材 40 の向かい合った側面同士が形成する空間の全体に接着剤層 410 を形成することは困難であった。

【0012】このように、多孔質セラミック部材間の接着剤層に、溝状の隙間や空洞状の接着剤ペースト未充填部分が存在した状態であると、製造するセラミック構造体の接着層に隙間や空洞が存在することとなり、多孔質セラミック部材間の接着力に差が生じ、セラミック構造体が破損しやすかった。また、特に隙間が存在すると、該隙間から排気ガスが漏れ出してフィルターとしての機能を果たすことができないため、上記隙間を埋める目地埋め工程が必要となり、工程数が増え、生産性が劣るとともに、製造コストを低く抑えることができなかった。

【0013】さらに、セラミック構造体の接着層に空洞が存在すると、該空洞には空気が存在することとなり、空気の熱伝導率は接着剤ペースト層の熱伝導率に比べて低いので、このようなセラミック構造体に上述したような再生処理を行うと、多孔質セラミック部材間の上記空洞部分では熱が伝播せず、パティキュレートを完全に燃焼除去することができなくなってしまう。また、製造したセラミック構造体に加熱、冷却が繰り返されると、セラミック構造体内部に温度分布が生じ、熱応力が作用する。その結果、セラミック構造体にクラックの発生や浴損を招き、ひいては破壊してしまうという問題もあった。

【0014】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、これらの問題を解決するためになされたもので、側面の総面積に対する接着剤ペースト層の塗布面積の割合が充分に大きいので、複数の多孔質セラミック部材を結束する接着層を、該多孔質セラミック部材間に完全に形成することができ、多孔質セラミック部材間の接着強度に優れるとともに、内部の熱伝導率が均一で、破損等が発生しにくいセラミック構造体の製造方法を提供することを目的とする。

【0015】

【課題を解決するための手段】本発明のセラミック構造体の製造方法は、多数の連通した開孔を有し、長手方向に並設された角柱形状の多孔質セラミック部材が接着層を介して複数個結束され、上記多孔質セラミック部材が粒子捕集用フィルタとして機能するように構成されたセ

ラミック構造体の製造方法であって、上記多孔質セラミック部材の側面に、該側面の総面積の 60 % 以上となるように接着剤ペースト層を形成した後、他の多孔質セラミック部材を積層する工程を繰り返して、セラミックブロックを組み上げる工程を含むことを特徴とする。

【0016】

【発明の実施の形態】以下、本発明のセラミック構造体の製造方法について、図面に基づいて説明するが、ここでは、多孔質セラミック部材の側面に接着剤ペースト層を形成し、セラミックブロックを組み上げる工程について詳しく説明し、接着剤ペースト層形成の対象である多孔質セラミック部材の製造方法については、後述することにする。

【0017】また、以下の説明においては、多孔質セラミック部材の構造を多数の貫通孔が隔壁を隔てて長手方向に並設された角柱状の構造のものとするが、本発明に係るセラミック構造体の多孔質セラミック部材の構造は、これに限定されるものではなく、例えば、多数の連通した気孔が、その内部に存在する角柱状の構造であってもよい。

【0018】図 1 (a) は、本発明のセラミック構造体の製造方法において、多孔質セラミック部材の側面に接着剤ペースト層を塗布した様子を模式的に示した斜視図であり、(b) は、このような接着剤ペースト層を形成する際に使用した口金の一例を模式的に示した正面図である。なお、図 1 (a) において、多孔質セラミック部材に形成した貫通孔は省略している。また、図 2 は、本発明に係るセラミック構造体の一例を模式的に示した斜視図である。さらに、図 3 (a) は、図 2 に示したセラミック構造体を構成する多孔質セラミック部材の一例を模式的に示した斜視図であり、(b) は、その A-A 線断面図である。

【0019】本発明のセラミック構造体の製造方法においては、まず、多孔質セラミック部材 20 の側面に、塗布面積が多孔質セラミック部材 20 の側面の総面積の 60 % 以上となるように接着剤ペースト層 11 を塗布する。

【0020】従来の場合のように、接着剤ペースト層 11 の塗布面積が、多孔質セラミック部材 20 の側面の総面積の 60 % 未満であると、後工程で、接着剤ペースト層 11 上に他の多孔質セラミック部材を積層して接着剤層を形成した際、図示しない接合装置を用いて、多孔質セラミック部材 20 に押圧力を加えつつ振動を付与して接着剤ペースト層 11 を押し広げても、接着剤層を多孔質セラミック部材 20 の側面全体に形成することができず、接着剤層非形成部に隙間や空洞等が発生してしまい、十分な接着強度が得られないため、セラミック構造体が破損してしまうことがある。

【0021】接着剤ペースト層 11 は、その塗布面積が、多孔質セラミック部材 20 の側面の総面積の 60 %

10

20

30

40

50

90%となるように形成することが望ましい。上記塗布面積が90%を超えると、他の多孔質セラミック部材を積層して接着剤層を形成した際、大量の接着剤ペーストが多孔質セラミック部材20の側面からはみ出してしまふことがある。一方、上記塗布面積が60%未満である場合は、上述した通りである。

【0022】接着剤ペースト層11は、多孔質セラミック部材20の側面の総面積の80~90%となるように形成することがより望ましい。上記接着剤層に隙間や空洞が形成されることを確実に防止することができ、また、上記接合装置を用いて他の多孔質セラミック部材を積層して接着剤層を形成した際、余分な接着剤ペーストが多孔質セラミック部材20の側面からはみ出ることがなく、多孔質セラミック部材20の側面全体に接着剤層を形成することができる範囲だからである。

【0023】また、接着剤ペースト層11の塗布部分としては、多孔質セラミック部材20の側面の中央部を中心として塗布することが望ましい。上記接合装置を用いて他の多孔質セラミック部材を接着剤ペースト層11上に積層して接着剤層を形成しても、接着剤ペーストが多

孔質セラミック部材20の側面からはみ出ることなく、多孔質セラミック部材20の側面全体に接着剤層を形成することができるからである。

【0024】接着剤ペースト層11を構成する材料は特に限定されず、例えば、無機バインダー、有機バインダー、無機繊維及び無機粒子からなるものを挙げることができる。

【0025】上記無機バインダーとしては、例えば、シリカゾル、アルミナゾル等が挙げられる。これらは、単独で用いてもよく、2種以上を併用してもよい。これらのなかでは、シリカゾルが好ましい。

【0026】上記有機バインダーとしては、例えば、親水性有機高分子が望ましく、特に多糖類が望ましい。具体的には、ポリビニルアルコール、メチルセルロース、エチルセルロース、カルボキシメチルセルロース等が挙げられる。これらのなかでは、カルボキシメチルセルロースが好ましい。多孔質セラミック部材の組み上げ時の流動性を確保し、常温領域での優れた接着性を示すからである。

【0027】上記無機繊維としては、例えば、シリカアルミナセラミックファイバー、ムライトファイバー、アルミナファイバー及びシリカファイバー等を挙げることができる。このような無機繊維は、無機バインダーや有機バインダー等と絡み合うことで、接着層ペースト層を接着層とした際、該接着層の接着強度を向上させることができる。

【0028】上記無機粒子としては、例えば、炭化物及び/又は窒化物の無機粒子が望ましく、例えば、炭化珪素、窒化珪素、窒化硼素等が挙げられる。これらの炭化物や窒化物は、熱伝導率が非常に大きく、上記接着層の

熱伝導率の向上に大きく寄与する。

【0029】また、接着剤ペースト層11中には、無機バインダー、有機バインダー、無機繊維及び無機粒子のほかに、少量の水分や溶剤等を含んでいてもよいが、このような水分や溶剤等は、通常、接着剤ペーストを塗布した後の加熱等により殆ど飛散する。

【0030】接着剤ペースト層11の厚さは、0.3~3mmであることが望ましい。厚さが3mmを超えると、セラミック構造体を製造した際、接着剤層が大きな熱抵抗となり、多孔質セラミック部材20間の熱伝導が阻害されてしまう。一方、厚さが0.3mm未満であると、多孔質セラミック部材20同士の接着力が不足してしまうことがある。上記厚さは、0.5~2.0mmであることがより望ましい。

【0031】接着剤ペースト層11の形状としては、図1(a)に示したような、多孔質セラミック部材20の側面に隙間が生じないように1列の帯状で形成することが望ましい。後工程で他の多孔質セラミック部材20を接着剤ペースト層11上に積層して接着剤層とした際、接着剤層の中央付近に空洞状の接着剤ペースト未充填部が形成されることがなく、確実に多孔質セラミック部材20の側面全体に接着剤層を形成することができるからである。

【0032】このような接着剤ペースト層11は、図1(b)に示したような、台金部16の中央部付近に、ほぼ矩形状の開口17が形成された口金15を用いることで形成することができる。即ち、口金15を、上述したような各材料からなる接着剤ペーストが充填された定量吐出ポンプ等の先端に取り付け、開口17から上記接着剤ペーストを多孔質セラミック部材20の側面に押し出すことで形成することができる。

【0033】開口17の面積としては、33~112mm²であることが好ましく、39~84mm²であることがより好ましく、42~52mm²であることが最も好ましい。上記面積が33mm²未満であると、接着剤を棒状に吐出することが困難となり、安定した接着剤ペースト層の塗布面積を確保することができなくなることがある。一方、112mm²を超えると、接着剤ペースト層が厚くなりすぎ、定量吐出ポンプ等からの接着剤ペーストの供給量が追いつかなくなり、接着剤ペースト層の途中で接着剤ペーストが途切れてしまうことがある。

【0034】また、開口17のアスペクト比は、例えば、開口17の面積が52mm²である場合、4.3~16.1であることが好ましく、8.3~13であることがより好ましい。上記アスペクト比が4.3未満であると、多孔質セラミック部材20の側面に対して十分な接着剤ペースト層の塗布面積を確保することができないことがある。一方、上記アスペクト比が16.1を超えると、多孔質セラミック部材の側面に対して、過度に接着剤ペースト層を塗布してしまうため、他の多孔質セラ

ミック部材を積層し、接着剤層を形成した際、接着剤ペーストが多孔質セラミック部材の側面からはみ出してしまい、このはみ出した接着剤ペーストを除去する工程が必要となり、生産性が落ちてしまう。

【0035】なお、接着剤ペースト層11の形状は、接着剤ペースト層11の塗布面積が、多孔質セラミック部材20の側面の総面積に対して上述した範囲内であり、かつ、接着剤層を形成した際、空間や隙間が生じないのであれば、従来の技術で説明したような、接着剤ペースト層が2列並んだものであってもよく、また、接着剤ペースト層が3列以上並んだものであってもよい。

【0036】このようにして、多孔質セラミック部材20の側面に接着剤ペースト層11を形成した後、他の多孔質セラミック部材20を積層する工程を繰り返して、セラミックブロックを組み上げる工程を行う。

【0037】この多孔質セラミック部材20を組み上げる工程においては、上述した従来の技術において説明した方法とほぼ同様にして多孔質セラミック部材20を組み上げることができる。

【0038】即ち、断面がV字形状に構成された台の上に、接着剤ペースト層11を形成した側面が上側を向くようにして多孔質セラミック部材20を載置し、この接着剤ペースト層11上に、他の多孔質セラミック部材20を、接着剤ペースト層11を形成した側面が上側を向くように載置する工程を繰り返すことで、所定の大きさの角柱状の多孔質セラミック部材20の積層体を組み上げる。なお、この積層体を組み上げる際に、振動器としてのバイブレータ等を備えた押圧治具により、押圧力を加えつつ振動を付与することによって接着剤ペースト層11を押し潰し、非接着剤ペースト層11部分全体に行き渡らせる。その結果接着剤ペースト層11は、多孔質セラミック部材20の側面全体に押し広げられて接着剤層となる。

【0039】そして、組み上げた多孔質セラミック部材20の積層体を50～100℃、1時間程度の条件で加熱することで、上記接着剤層を乾燥、硬化させて接着層110とし、例えば、ダイヤモンドカッター等でその外周部を切削することで、図2に示したようなセラミックブロック13を作製する。

【0040】そして、セラミックブロック13の外周部に、シール部材12となるシール材ペーストを刷毛やマスクを用いて印刷し、所定の厚さのシール材を形成し、このシール材を乾燥してシール部材12とすることで、本発明に係るセラミック構造体の製造を終了する。

【0041】上記シール材ペーストを構成する材料としては特に限定されないが、無機繊維、無機バインダー等の耐熱性の材料を含むものが望ましい。また、上記シール材のペーストを構成する材料は、上述した接着剤ペースト層と同じ材料により構成されていてもよい。

【0042】以上説明した各工程を行うことで、複数の

多孔質セラミック部材を結束する接着層を、その内部に空洞や隙間等が発生することがなく形成することができるため、多孔質セラミック部材間の接着強度に優れるとともに、内部の熱伝導率が均一で、破損等が発生しにくいセラミック構造体を製造することができる。

【0043】次に、多孔質セラミック部材の製造方法について説明する。ここでは、初めに、セラミック成形体を作製する。この工程においては、セラミック粉末とバインダーと分散媒液とを混合して成形体作製用の混合組成物を調製した後、この混合組成物の押出成形を行うことにより、多数の貫通孔が隔壁を隔てて長手方向に並設された柱状のセラミック成形体を作製し、この後、この成形体を乾燥させることにより分散媒液を蒸発させ、セラミック粉末と樹脂とを含むセラミック成形体を作製する。なお、このセラミック成形体には、少量の分散媒液が含まれていてもよい。

【0044】このセラミック成形体の外観の形状は、図3に示した多孔質セラミック部材20とほぼ同形状であるほか、楕円柱状や三角柱状等であってもよい。なお、本工程では、充填材22に相当する部分は空洞となっている。

【0045】上記セラミック粉末としては特に限定されず、種々のセラミックが挙げられるが、これらのなかでは、耐熱性が大きく、機械的特性に優れ、かつ、熱伝導率も大きい炭化珪素が好ましい。

【0046】また、このようなセラミック粉末は、0.3～50 μm 程度の平均粒径を有する粉末100重量部と、0.1～1.0 μm 程度の平均粒径を有する粉末5～65重量部とを組み合わせたものが好ましい。このような組み合わせのセラミック粉末を原料として製造した多孔質セラミック部材20は、平均気孔径が1～40 μm の開放気孔を有し、良好にパティキュレート捕集を行うことができるからである。

【0047】上記バインダーとしては特に限定されず、例えば、メチルセルロース、カルボキシメチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、ポリエチレングリコール、フェノール樹脂、エポキシ樹脂等を挙げることができる。上記バインダーの配合量は、通常、上記炭化珪素粉末100重量部に対して、1～10重量部程度が好ましい。

【0048】上記分散媒液としては特に限定されず、例えば、ベンゼン等の有機溶媒；メタノール等のアルコール、水等を挙げることができる。上記分散媒液は、上記樹脂の粘度が一定範囲内となるように、適量配合される。

【0049】次に、封口工程として、作製されたセラミック成形体の上記貫通孔を充填ペーストにより封口パターン状に封口する工程を行う。この際には、セラミック成形体の貫通孔に、封口パターン状に開孔が形成されたマスクを当接し、充填ペーストを上記マスクの開孔から

上記貫通孔に侵入させることにより、充填ペーストで一部の貫通孔を封口する。

【0050】上記充填ペーストとしては、セラミック成形体の製造の際に使用した混合組成物と同様のものか、又は、上記混合組成物にさらに分散媒を添加したものが好ましい。

【0051】次に、脱脂工程として、上記工程により作製されたセラミック成形体中の樹脂を熱分解する工程を行う。この脱脂工程では、通常、上記セラミック成形体を脱脂用治具上に載置した後、脱脂炉に搬入し、酸素含有雰囲気下、400～650℃に加熱する。これにより、バインダー等の樹脂成分が揮散するとともに、分解、消失し、ほぼセラミック粉末のみが残留する。

【0052】次に、焼成工程として、脱脂したセラミック成形体を、焼成用治具上に載置して焼成する工程を行う。この焼成工程では、窒素、アルゴン等の不活性ガス雰囲気下、2000～2200℃で脱脂したセラミック成形体を加熱し、セラミック粉末を焼結させることにより、図3に示したような、多数の貫通孔が隔壁を隔てて長手方向に並設された柱状の多孔質セラミック部材を製造する。

【0053】なお、脱脂工程から焼成工程に至る一連の工程では、焼成用治具上に上記セラミック成形体を載せ、そのまま、脱脂工程及び焼成工程を行うことが好ましい。脱脂工程及び焼成工程を効率的に行うことができ、また、載せ代え等において、セラミック成形体が傷つくのを防止することができるからである。

【0054】以上説明した各工程を経ることで、多数の貫通孔が隔壁を隔てて長手方向に並設され、上記隔壁がフィルタとして機能するように構成された多孔質セラミック部材を製造することができる。その後、上述した多孔質セラミック部材の結束工程を行うことで、本発明に係るセラミック構造体を製造することができる。

【0055】以上説明した通り、本発明のセラミック構造体の製造方法は、多孔質セラミック部材の側面に、該側面の総面積の60%以上となるように接着剤ペースト層を形成した後、他の多孔質セラミック部材を積層する工程を繰り返して、セラミックブロックを組み上げる工程を含むものであるため、製造するセラミック構造体の接着層中に、空洞や隙間が発生することがない。従って、接着層の接着力が均一なものとなるので、セラミック構造体の強度が優れたものとなるとともに、熱伝導率が均一で、破損しにくいセラミック構造体を製造することができる。

【0056】

【実施例】以下に実施例を掲げて本発明を更に詳しく説明するが、本発明はこれら実施例のみに限定されるものではない。

【0057】実施例1

平均粒径10 μ mの α 型炭化珪素粉末70重量部、平均

10

粒径0.7 μ mの β 型炭化珪素粉末30重量部、メチルセルロース5重量部、分散剤4重量部、水20重量部を配合して均一に混合することにより、原料の混合組成物を調製した。この混合組成物を押出成形機に充填し、押出速度2cm/分にてハニカム形状の炭化珪素成形体を作製した。この炭化珪素成形体は、図3に示した多孔質セラミック部材20とほぼ同様であり、その大きさは資34mm×34mm×254mmで、平均気孔径が1～40 μ m、貫通孔の数が31個/cm²で、隔壁の厚さが0.35mmであった。

【0058】この炭化珪素成形体をマイクロ波や熱風による乾燥機を用いて乾燥させ、炭化珪素成形体乾燥体とし、この乾燥体に、上記混合組成物と同成分の充填剤ペーストを用いて、炭化珪素焼結体の貫通孔の所定箇所に充填剤を充填した後、450℃で脱脂し、さらに、2200℃で加熱焼成することで多孔質炭化珪素部材を製造した。

【0059】次に、無機バインダーとしてシリカゾル（ゾル中のSiO₂の含有量：30重量%）7重量%、有機バインダーとしてカルボキシメチルセルロース0.5重量%、無機繊維としてシリカアルミナセラミックファイバー（ショット含有率3%、繊維長0.1～100mm）23.3重量%、無機粒子として平均粒径0.3 μ mの炭化珪素粉末30.2重量%、及び、水39重量%を混合、混練して接着剤ペーストを調製した。

【0060】次に、上記接着層用ペーストを用いて、上記実施の形態で説明した方法で、製造した多孔質炭化珪素部材の側面に接着剤ペースト層を塗布した。そして、この接着剤ペースト層塗布から多孔質炭化珪素部材の積層までの工程を繰り返して、縦4個、横4個の多孔質炭化珪素部材を組み上げて接着剤ペースト層を接着剤層とした後、100℃、1時間で上記接着剤層を乾燥、硬化させることで接着層とし、セラミック部材の積層体を作製した。

【0061】なお、上記接着剤ペースト層を塗布する際の、接着剤ペーストの吐出速度は、144.4mm/sec、塗布量は18g、厚さは1.0mmであり、多孔質炭化珪素部材の側面の総面積（8636mm²）に対する、上記接着剤ペースト層の塗布面積は7600mm²であり、多孔質炭化珪素部材の側面の総面積の約88%であった。また、組み立て後の上記接着層形成面積は8636mm²であり、多孔質炭化珪素部材の側面の総面積の100%であった。

【0062】この作製したセラミックブロックをダイヤモンドカッターを用いて、直径143mmの円柱状に切削し、その外周部に上記接着層と同じ組成からなるシール材の層を形成し、上記シール材の乾燥を行うことで、多孔質炭化珪素からなるセラミック構造体を製造した。

【0063】比較例1

多孔質炭化珪素部材の側面に、接着剤ペースト層を塗布

50

する際に、図4(b)に示したような口金を用いて図4(a)に示したような形状としたほかは、実施例1と同様に多孔質炭化珪素からなるセラミック構造体を製造した。

【0064】なお、上記多孔質炭化珪素部材の側面の総面積(8636mm²)に対する、本比較例1に係る接着剤ペースト層の塗布面積は4500mm²であり、多孔質炭化珪素部材の側面の総面積の約52%であった。また、本比較例1に係る組み立て後の接着層形成面積は約7550mm²であり、上記多孔質炭化珪素部材の側面の総面積の約87%であった。

【0065】実施例1及び比較例1で製造した多孔質炭化珪素からなるセラミック構造体に、室温～900℃まで加熱、冷却を繰り返すヒートサイクル試験(100回)を行った後、上記セラミック構造体を切断し、クラックの有無を確認した。

【0066】ヒートサイクル試験の結果、実施例1に係るセラミック構造体は、繰り返し加えられる冷熱サイクルによりクラックが発生することがなく、均一な熱伝導率を有するものであった。一方、比較例1に係るセラミック構造体は、繰り返し加えられる冷熱サイクルによりクラックが発生してしまい、その熱伝導率にバラツキが*

*あるものであった。

【0067】次に、以下に示した方法で、実施例1及び比較例1に係るセラミック構造体の接着層の接着強度を評価した。

【0068】まず、実施例1に示した接着剤ペースト層の形成方法を用いて、2個の多孔質炭化珪素部材が接着層を介して結合した結合体を製造し、この結合体を多孔質炭化珪素部材の側面に垂直な方向に切断し、厚さが25mmの試験片50を10個作製した。同様に、比較例1に示した接着剤ペースト層の形成方法を用いて、試験片を10個作製した。

【0069】作製した実施例1及び比較例1に係る試験片各10個を、離間させて配置した台55の上に貫通孔が形成された面が上下面となるように載置し、続いて、中心の接着層51部分に荷重をかけ、接着層51に剥がれが生じた時の荷重(破壊荷重)を測定し、その平均値及びバラツキを求めた。なお、破壊荷重のバラツキは標準偏差を求めることで評価した(図6参照)。その結果を下記の表1に示した。

【0070】

【表1】

		破壊荷重(N)			破壊荷重(N)
実施例1	試験片1	283.51	比較例1	試験片1	182.48
	試験片2	270.87		試験片2	220.79
	試験片3	287.04		試験片3	219.52
	試験片4	292.82		試験片4	222.85
	試験片5	321.64		試験片5	250.10
	試験片6	288.51		試験片6	240.20
	試験片7	284.89		試験片7	132.30
	試験片8	308.60		試験片8	287.24
	試験片9	250.49		試験片9	212.17
	試験片10	289.98		試験片10	266.17
平均値		287.84	平均値		223.38
バラツキ		19.19	バラツキ		43.49

注) バラツキは、実施例及び比較例における各破壊荷重の標準偏差である。

【0071】表1に示した結果より明らかなように、実施例1に係るセラミック構造体の破壊荷重は、250.49～321.64Nで、その平均値が287.84Nであり、そのバラツキ(標準偏差)は、19.19であった。一方、比較例1に係るセラミック構造体の破壊荷重は、132.30～287.24Nで、その平均値が223.38Nであり、そのバラツキ(標準偏差)は、

43.49であった。即ち、実施例1に係るセラミック構造体は、比較例1に係るセラミック構造体よりも、その接着強度に優れ、かつ、そのバラツキも小さなものであった。

【0072】

【発明の効果】以上、説明した通り、本発明のセラミック構造体の製造方法は、上述した通りであるので、多孔

質セラミック部材を結束する接着層を、該多孔質セラミック部材間に隙間なく形成することができ、熱伝導率及び強度に優れたセラミック構造体を製造することができる。

【図面の簡単な説明】

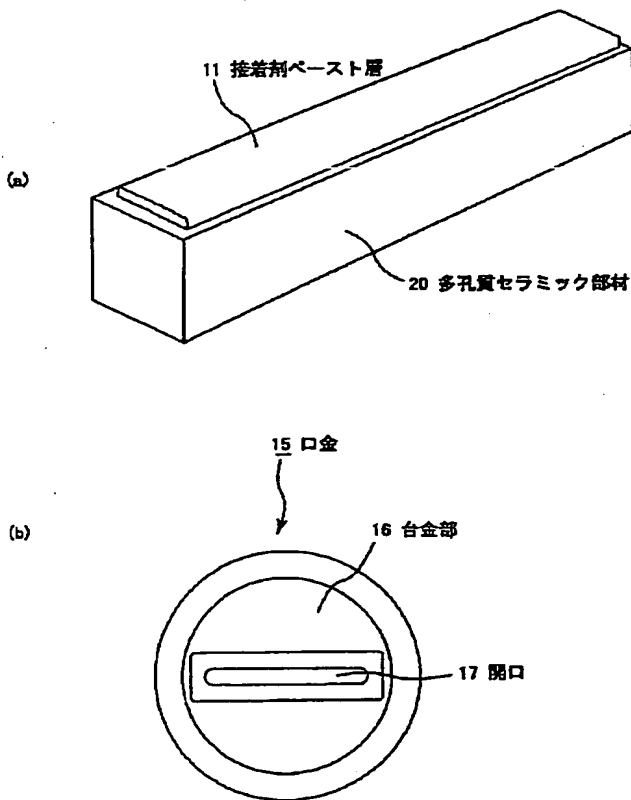
【図1】(a)は、多孔質セラミック部材の側面に接着剤ペースト層を塗布した様子を模式的に示した斜視図であり、(b)は、(a)に示した接着剤ペースト層を形成する際に使用した口金の一例を模式的に示した正面図である。

【図2】本発明のセラミック構造体の製造方法で製造した、セラミック構造体の一例を模式的に示した斜視図である。

【図3】(a)は、図2に示したセラミック構造体を構成する多孔質セラミック部材を模式的に示した斜視図であり、(b)は、そのA-A線断面図である。

【図4】(a)は、従来の多孔質セラミック部材の側面に接着剤ペースト層を塗布した様子を模式的に示した斜視図であり、(b)は、(a)に示した接着剤ペースト

【図1】



層を形成する際に使用した口金の一例を模式的に示した正面図である。

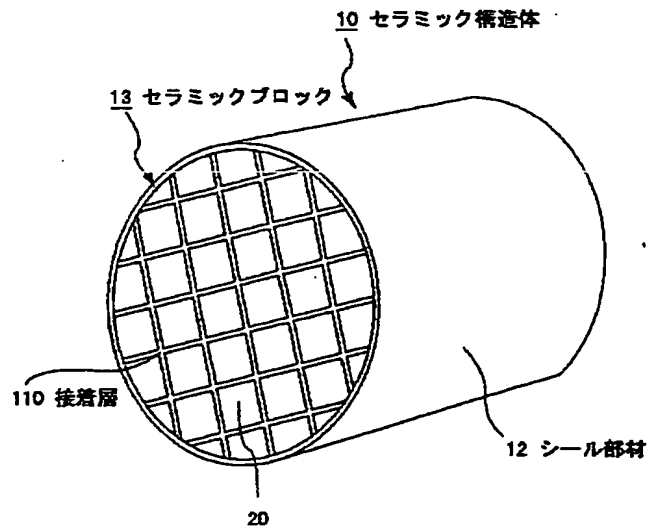
【図5】セラミックブロックを作製する様子を模式的に示した説明図である。

【図6】接着強度の測定試験の説明図である。

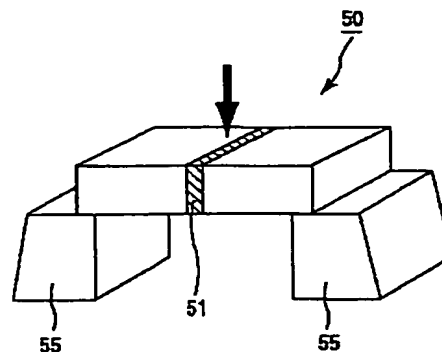
【符号の説明】

- 10 セラミック構造体
- 11、41 接着剤ペースト層
- 12 シール部材
- 10 13 セラミックブロック
- 15、45 口金
- 16、46 台金部
- 17、47 開口
- 110 接着層
- 20、40 多孔質セラミック部材
- 21 貫通孔
- 22 充填材
- 23 隔壁
- 410 接着剤層

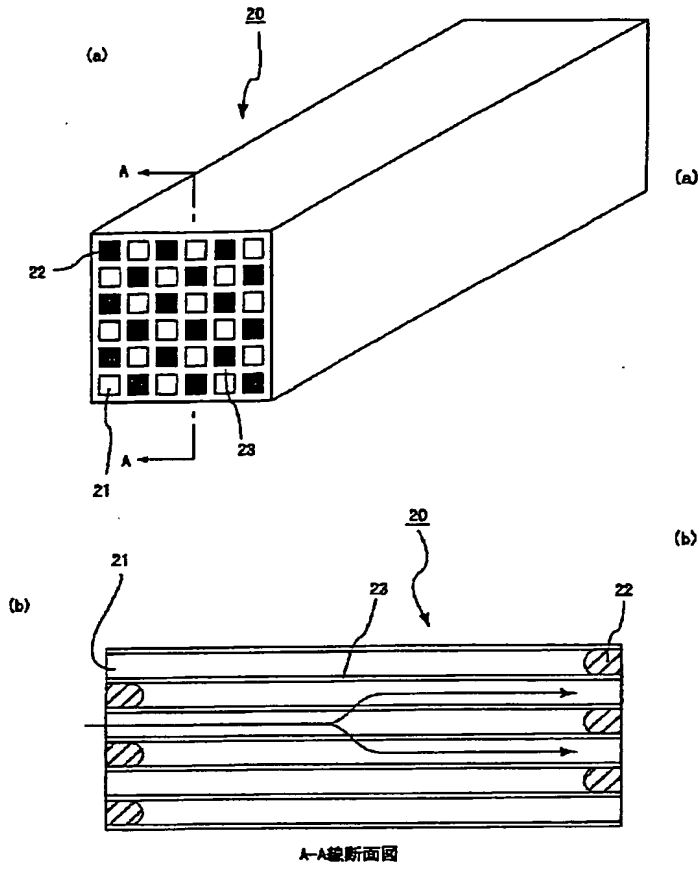
【図2】



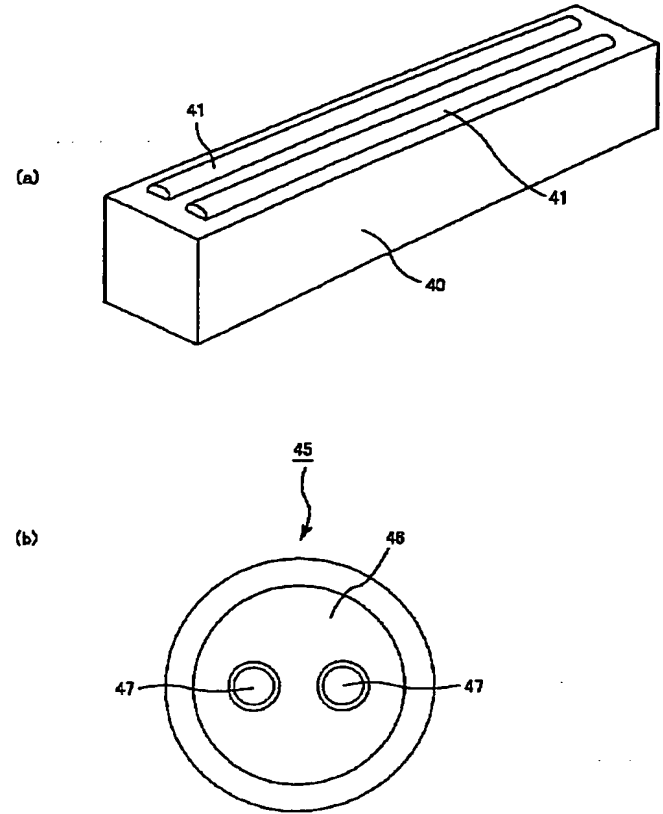
【図6】



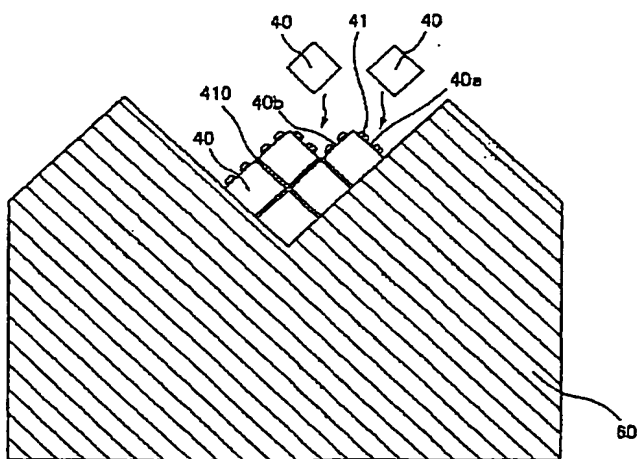
【図3】



【図4】



【図5】



* NOTICES *

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.

2.**** shows the word which can not be translated.

3.In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] Have puncturing which a large number opened for free passage and two or more porosity ceramic members of the prism configuration installed in the longitudinal direction side by side band together through a glue line. It is the manufacture approach of the ceramic structure constituted so that said porosity ceramic member might function as a filter for particle uptake. The manufacture approach of the ceramic structure characterized by repeating the process which carries out the laminating of other porosity ceramic members, and including the process which finishes setting up a hollow clay building block after forming an adhesives paste layer in the side face of said porosity ceramic member so that it may become 60% or more of the gross area of this side face.

[Claim 2] The manufacture approach of the ceramic structure according to claim 1 which forms an adhesives paste layer in the side face of a porosity ceramic member so that it may become 80 - 90% of the gross area of this side face.

[Claim 3] An adhesives paste layer is the manufacture approach of the ceramic structure according to claim 1 or 2 that the thickness is 0.3-3mm.

[Claim 4] An adhesives paste layer is the manufacture approach of the ceramic structure any 1 publication of claims 1-3 which it comes to form by the single tier.

[Translation done.]

* NOTICES *

JPO and NCIPI are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.**** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the manufacture approach of the ceramic structure used as a filter from which the particulate in the exhaust gas discharged by the internal combustion engine etc. is removed.

[0002]

[Description of the Prior Art] It poses a problem that the particulate contained in the exhaust gas discharged by internal combustion engines, such as cars, such as a bus and a truck, and a construction equipment, does damage to an environment or the body recently. By passing a porosity ceramic for this exhaust gas, the ceramic filter which carries out uptake of the particulate in exhaust gas, and purifies exhaust gas is proposed variously.

[0003] As for the porosity ceramic member which constitutes these ceramic filters, many through tubes are usually installed in an one direction side by side, and the septum which separates through tubes functions as a filter. That is, after the exhaust gas with which, as for the through tube formed in the porosity ceramic member, either the entry side of exhaust gas or the edge of an outlet side flowed into ***** and the through tube of 1 with the filler passes the septum which surely separates a through tube, in case it flows out of other through tubes and exhaust gas passes this septum, a particulate is caught in a septum part and exhaust gas is purified. Moreover, in connection with the cleaning effect of this exhaust gas, especially, to the septum by the side of the inflow of exhaust gas, uptake and since it deposits, the above-mentioned particulate comes to bar many liftings and much aeration for blinding gradually. Therefore, the regeneration which carries out combustion removal of the particulate periodically deposited on the septum with heating means, such as a burner and a heater, is needed for such a ceramic filter.

[0004] In case the ceramic structure which functions as such a ceramic filter conventionally is manufactured, after mixing dispersion-medium liquid etc. with ceramic powder and a binder and preparing the mixed constituent for ceramic Plastic solid production first, a ceramic Plastic solid is produced by performing extrusion molding of this mixed constituent etc.

[0005] Next, after drying the acquired ceramic Plastic solid, a porosity ceramic member is manufactured through the baking process which performs baking of the cleaning process and ceramic to which the pyrolysis of the binder in a ceramic Plastic solid etc. is carried out.

[0006] And these porosity ceramic members were cut in the predetermined configuration, after more than one banded together through the adhesives layer, the hollow clay building block was produced, and the ceramic structure was manufactured by preparing a sealant layer in the periphery part of this hollow clay building block.

[0007] [in case more than one band a porosity ceramic member together here] So that it can accumulate first after the porosity ceramic member 40 has inclined aslant as shown in drawing 5 After laying the porosity ceramic member 40 which applied the adhesives paste layer 41 to that side face in two trains in the condition of having inclined, on the base 60 where the cross section was constituted by the V character configuration, the process which carries out the laminating of other porosity ceramic members 40 on this adhesives paste layer 41 was repeated. In addition, the adhesives layer 410 is formed by giving vibration and extending the adhesives paste layer 41, applying thrust to the porosity ceramic member 40 using the junction equipment which is not

illustrated, while carrying out the laminating of the porosity ceramic member 40.

[0008] Drawing 4 (a) is the perspective view having shown typically signs that the adhesives paste layer was applied to the side face of a porosity ceramic member, and (b) is the front view having shown typically an example of the mouthpiece used when applying the above-mentioned adhesives paste layer. In addition, the through tube formed in the porosity ceramic member 40 is omitting among drawing 4 (a).

[0009] As shown in drawing 4 (a), the conventional adhesives paste layer 41 is formed in the side face of the porosity ceramic member 40 together with two trains, and in case it forms such an adhesives paste layer 41, the mouthpiece 45 with which the opening 47 located in a line in parallel near the center of the base metal section 46 as shown in drawing 4 (b) was formed is used for it.

[0010] As a concrete approach of forming the adhesives paste layer 41 in the side face of the porosity ceramic member 40, a mouthpiece 45 is attached at tips, such as a quantum regurgitation pump with which it filled up with the adhesives paste used as the adhesives paste layer 41, for example. And the adhesives paste layer 41 of two trains as showed the above-mentioned adhesives paste to drawing 4 (a) from opening 47 by extruding in a position and an amount on the side face of the porosity ceramic member 40 was formed.

[0011] However, the adhesives paste layer 41 is applied to the side face of the porosity ceramic member 40 by such approach. Since the rate of the spreading area of the adhesives paste layer 41 to the gross area of a side face was as small as about 50% when the laminating of the porosity ceramic member 40 was carried out and the adhesives layer 410 (refer to drawing 5) was formed, The adhesives layer 410 is not formed even in the side section of the side face of the porosity ceramic member 40. It was difficult to form the adhesives layer 410 in the whole space which the side faces with which a groove clearance may be formed or the adhesives paste non-filling cavity-like section may be formed near the center of the side face of the porosity ceramic member 40, and which the porosity ceramic member 40 faced form.

[0012] Thus, a clearance and a cavity will exist in the glue line of the ceramic structure manufactured as it is in the condition to which the adhesives paste non-filling part of the shape of a groove clearance or a cavity existed in the adhesives layer between porosity ceramic members, a difference arises in the adhesive strength between porosity ceramic members, and it was easy to damage the ceramic structure. moreover, if especially a clearance existed, since exhaust gas was not able to carry out leakage appearance from this clearance and the function as a filter was not able to be achieved, while the ***** process of filling the above-mentioned clearance was needed, the routing counter increased and productivity was inferior, a manufacturing cost was not able to be held down low.

[0013] When a cavity exists in the glue line of the ceramic structure, air will exist in this cavity, and if regeneration which was mentioned above to such the ceramic structure since it was low is performed compared with the thermal conductivity of an adhesives paste layer, heat will not spread the thermal conductivity of air but it will become impossible furthermore, to carry out combustion removal of the particulate completely in the above-mentioned cavernous part between porosity ceramic members. Moreover, if heating and cooling are repeated by the manufactured ceramic structure, temperature distribution will arise inside the ceramic structure and thermal stress will act. Consequently, generating and the erosion of a crack were invited to the ceramic structure, as a result there was also a problem of destroying.

[0014]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] Since the rate of this invention of the spreading area of an adhesives paste layer of as opposed to [were made in order to solve these problems, and] the gross area of a side face is large enough, While being able to form completely between these porosity ceramic members and excelling in the bond strength between porosity ceramic members, the glue line which bands two or more porosity ceramic members together Internal thermal conductivity is uniform and it aims at offering the manufacture approach of the ceramic structure which breakage etc. cannot generate easily.

[0015]

[Means for Solving the Problem] The manufacture approach of the ceramic structure of this invention has puncturing which a large number opened for free passage. Two or more porosity

ceramic members of the prism configuration installed in the longitudinal direction side by side band together through a glue line. It is the manufacture approach of the ceramic structure constituted so that the above-mentioned porosity ceramic member might function as a filter for particle uptake. After forming an adhesives paste layer in the side face of the above-mentioned porosity ceramic member so that it may become 60% or more of the gross area of this side face, it is characterized by repeating the process which carries out the laminating of other porosity ceramic members, and including the process which finishes setting up a hollow clay building block.

[0016]

[Embodiment of the Invention] Hereafter, although the manufacture approach of the ceramic structure of this invention is explained based on a drawing, an adhesives paste layer is formed in the side face of a porosity ceramic member, the process which finishes setting up a hollow clay building block is explained in detail, and it will mention later here about the manufacture approach of the porosity ceramic member which is the object of the adhesives paste stratification.

[0017] Moreover, in the following explanation, although structure of a porosity ceramic member is made into the thing of the prismatic form structure where many through tubes separated the septum and were installed in the longitudinal direction side by side, the structure of the porosity ceramic member of the ceramic structure concerning this invention may be the prismatic form structure where the pore which it is not limited to this and a large number opened for free passage exists in the interior.

[0018] Drawing 1 (a) is the perspective view having shown typically signs that the adhesives paste layer was applied to the side face of a porosity ceramic member, in the manufacture approach of the ceramic structure of this invention, and (b) is the front view having shown typically an example of the mouthpiece used when forming such an adhesives paste layer. In addition, in drawing 1 (a), the through tube formed in the porosity ceramic member is omitting. Moreover, drawing 2 is the perspective view having shown an example of the ceramic structure concerning this invention typically. Furthermore, drawing 3 (a) is the perspective view having shown typically an example of the porosity ceramic member which constitutes the ceramic structure shown in drawing 2, and (b) is the A-A line sectional view.

[0019] In the manufacture approach of the ceramic structure of this invention, first, the adhesives paste layer 11 is applied to the side face of the porosity ceramic member 20 so that spreading area may turn into 60% or more of the gross area of the side face of the porosity ceramic member 20.

[0020] The spreading area of the adhesives paste layer 11 that it is less than 60% of the gross area of the side face of the porosity ceramic member 20 like [in conventional] at a back process When the laminating of other porosity ceramic members is carried out and an adhesives layer is formed on the adhesives paste layer 11, even if it gives vibration and extends the adhesives paste layer 11 using the junction equipment which is not illustrated, applying thrust to the porosity ceramic member 20 Since an adhesives layer cannot be formed in the whole side face of the porosity ceramic member 20, but a clearance, a cavity, etc. occur in the adhesives layer agenesis section and sufficient bond strength is not obtained, the ceramic structure may be damaged.

[0021] As for the adhesives paste layer 11, it is desirable to form so that the spreading area may turn into 60 - 90% of the gross area of the side face of the porosity ceramic member 20. When the above-mentioned spreading area exceeded 90%, the laminating of other porosity ceramic members is carried out and an adhesives layer is formed, a lot of adhesives paste may overflow the side face of the porosity ceramic member 20. On the other hand, when the above-mentioned spreading area is less than 60%, it is as having mentioned above.

[0022] As for the adhesives paste layer 11, it is more desirable to form so that it may become 80 - 90% of the gross area of the side face of the porosity ceramic member 20. When it can prevent certainly that a clearance and a cavity are formed in the above-mentioned adhesives layer, and the laminating of other porosity ceramic members is carried out using the above-mentioned junction equipment and an adhesives layer is formed, it is because it is the range which an excessive adhesives paste cannot overflow the side face of the porosity ceramic member 20, and can form an adhesives layer in the whole side face of the porosity ceramic member 20.

[0023] Moreover, as a spreading part of the adhesives paste layer 11, it is desirable to apply the center section of the side face of the porosity ceramic member 20 as a core. Even if it carries out the

laminating of other porosity ceramic members on the adhesives paste layer 11 using the above-mentioned junction equipment and forms an adhesives layer, it is because an adhesives paste cannot overflow the side face of the porosity ceramic member 20 and an adhesives layer can be formed in the whole side face of the porosity ceramic member 20.

[0024] Especially the ingredient that constitutes the adhesives paste layer 11 can mention what is not limited, for example, consists of an inorganic binder, an organic binder, an inorganic fiber, and an inorganic particle.

[0025] As the above-mentioned inorganic binder, a silica sol, alumina sol, etc. are mentioned, for example. These may be used independently and may use two or more sorts together. In these, a silica sol is desirable.

[0026] As the above-mentioned organic binder, a hydrophilic organic macromolecule is desirable and especially polysaccharide is desirable, for example. Specifically, polyvinyl alcohol, methyl cellulose, ethyl cellulose, a carboxymethyl cellulose, etc. are mentioned. In these, a carboxymethyl cellulose is desirable. It is because the fluidity at the time of setting up of a porosity ceramic member is secured and the outstanding adhesive property in an ordinary temperature field is shown.

[0027] As the above-mentioned inorganic fiber, silica-alumina ceramic fiber, a mullite fiber, an alumina fiber, a silica fiber, etc. can be mentioned, for example. By becoming entangled with an inorganic binder, an organic binder, etc., when such an inorganic fiber makes a glue line paste layer a glue line, it can raise the bond strength of this glue line.

[0028] As the above-mentioned inorganic particle, the inorganic particle of carbide and/or a nitride is desirable, for example, silicon carbide, silicon nitride, boron nitride, etc. are mentioned, for example. These carbide and nitrides have very large thermal conductivity, and it contributes them to improvement in the thermal conductivity of the above-mentioned glue line greatly.

[0029] Moreover, although little moisture, a little solvent, etc. may be included besides the inorganic binder, the organic binder, the inorganic fiber, and the inorganic particle in the adhesives paste layer 11, such moisture, a solvent, etc. usually almost disperse with heating after applying an adhesives paste etc.

[0030] As for the thickness of the adhesives paste layer 11, it is desirable that it is 0.3-3mm. when thickness exceeded 3mm and the ceramic structure is manufactured, an adhesives layer serves as big thermal resistance, and heat conduction between the porosity ceramic members 20 prevents -- having -- now -- obtaining -- ** On the other hand, when thickness is less than 0.3mm, the adhesive strength of porosity ceramic member 20 comrades may be insufficient. As for the above-mentioned thickness, it is more desirable that it is 0.5-2.0mm.

[0031] It is desirable to form with band-like [of one train] so that a clearance may not be generated as a configuration of the adhesives paste layer 11 on the side face of the porosity ceramic member 20 as shown in drawing 1 R> 1 (a). When the laminating of the porosity ceramic member 20 of others [a back process] is carried out on the adhesives paste layer 11 and it is used as an adhesives layer, it is because the adhesives paste non-filling cavity-like section is not formed near the center of an adhesives layer and an adhesives layer can be certainly formed in the whole side face of the porosity ceramic member 20.

[0032] Such an adhesives paste layer 11 can be formed by using the mouthpiece 15 with which the rectangle-like opening 17 was mostly formed near the center section of the base metal section 16 as shown in drawing 1 (b). That is, a mouthpiece 15 can be attached at tips, such as a quantum regurgitation pump with which it filled up with the adhesives paste which consists of each ingredient which was mentioned above, and it can form by extruding the above-mentioned adhesives paste on the side face of the porosity ceramic member 20 from opening 17.

[0033] as the area of opening 17 -- 33-112mm² it is -- things -- desirable -- 39-84mm² it is -- things -- more -- desirable -- 42-52mm² it is -- things are the most desirable. The above-mentioned area is 2 33mm. It becomes difficult to carry out the regurgitation of the adhesives to it being the following at the shape of a rod, and it may be able to stop being able to secure spreading area of the stable adhesives paste layer. On the other hand, it is 2 112mm. When it exceeds, an adhesives paste layer may become thick too much, the amount of supply of the adhesives paste from a quantum regurgitation pump etc. may stop catching up, and an adhesives paste may break off in the middle of an adhesives paste layer.

[0034] moreover, the aspect ratio of opening 17 -- for example, the area of opening 17 -- 52mm² it is -- a case -- 4.3-16.1 -- it is -- things -- desirable -- 8.3-13 -- it is -- things -- more -- being desirable . Spreading area of sufficient adhesives paste layer may not be securable to the side face of the porosity ceramic member 20 in the above-mentioned aspect ratio being less than 4.3. On the other hand, when the above-mentioned aspect ratio exceeded 16.1, the laminating of other porosity ceramic members is carried out and an adhesives layer is formed in order to apply an adhesives paste layer too much to the side face of a porosity ceramic member, an adhesives paste will overflow the side face of a porosity ceramic member, the process which removes this overflowing adhesives paste will be needed, and productivity will fall.

[0035] in addition, if neither space nor a clearance produces the configuration of the adhesives paste layer 11 when the spreading area of the adhesives paste layer 11 is within the limits mentioned above to the gross area of the side face of the porosity ceramic member 20 and forms an adhesives layer, adhesives paste layers which were explained by the Prior art will be 2 ***** -- you may be ** and three or more trains of adhesives paste layers may be located in a line.

[0036] Thus, after forming the adhesives paste layer 11 in the side face of the porosity ceramic member 20, the process which carries out the laminating of other porosity ceramic members 20 is repeated, and the process which finishes setting up a hollow clay building block is performed.

[0037] In the process which finishes setting up this porosity ceramic member 20, it can finish setting up the porosity ceramic member 20 almost like the approach explained in the Prior art mentioned above.

[0038] That is, it finishes setting up the layered product of the prismatic form porosity ceramic member 20 of predetermined magnitude by repeating the process which lays the porosity ceramic member 20 as the side face in_ which the adhesives paste layer 11 was formed on the base where the cross section was constituted by the V character configuration turns to the bottom, and is laid so that the side face which formed the adhesives paste layer 11 for other porosity ceramic members 20 on this adhesives paste layer 11 may turn to the bottom. In addition, in case it finishes setting up this layered product, with the press fixture equipped with the vibrator as a vibrator etc., applying thrust, by giving vibration, the adhesives paste layer 11 is crushed and it spreads over the whole non-adhesives paste layer 11 part. As a result, the adhesives paste layer 11 can be extended on the whole side face of the porosity ceramic member 20, and turns into an adhesives layer.

[0039] And the hollow clay building block 13 as shown in drawing 2 is produced by drying the above-mentioned adhesives layer, stiffening the layered product of the porosity ceramic member 20 which it finished setting up by heating on 50-100 degrees C and the conditions of about 1 hour, and considering as a glue line 110, for example, cutting the periphery section with a diamond cutter etc.

[0040] And the sealant paste used as the seal member 12 is printed in the periphery section of a hollow clay building block 13 using the brush or a mask, the sealant of predetermined thickness is formed, and manufacture of the ceramic structure concerning this invention is ended by drying this sealant and considering as the seal member 12.

[0041] Although not limited especially as an ingredient which constitutes the above-mentioned sealant paste, the thing containing heat-resistant ingredients, such as an inorganic fiber and an inorganic binder, is desirable. Moreover, the ingredient which constitutes the paste of the above-mentioned sealant may be constituted by the same ingredient as the adhesives paste layer mentioned above.

[0042] Since a cavity, a clearance, etc. cannot generate the glue line which bands two or more porosity ceramic members together and can form it in the interior by performing each process explained above, while excelling in the bond strength between porosity ceramic members, internal thermal conductivity is uniform and the ceramic structure which breakage etc. cannot generate easily can be manufactured.

[0043] Next, the manufacture approach of a porosity ceramic member is explained. Here, a ceramic Plastic solid is produced first. After mixing ceramic powder, a binder, and dispersion-medium liquid and preparing the mixed constituent for Plastic solid production in this process, by performing extrusion molding of this mixed constituent The ceramic column-like Plastic solid with which many through tubes separated the septum and were installed in the longitudinal direction side by side is produced, by drying this Plastic solid after this, dispersion-medium liquid is evaporated and the

ceramic Plastic solid containing ceramic powder and resin is produced. In addition, little dispersion-medium liquid may be contained in this ceramic Plastic solid.

[0044] The configuration of the appearance of this ceramic Plastic solid is isomorphism-like mostly with the porosity ceramic member 20 shown in drawing 3 $R > 3$, and also may have the shape of the shape of an elliptic cylinder, or the triangle pole etc. In addition, at this process, the part equivalent to a filler 22 serves as a cavity.

[0045] Although it is not limited especially as the above-mentioned ceramic powder but various ceramics are mentioned, in these, thermal resistance is large, it excels in a mechanical property and large silicon carbide of thermal conductivity is desirable.

[0046] Moreover, as for such ceramic powder, what combined the powder 100 weight section which has the mean particle diameter of about 0.3-50 micrometers, and the powder 5 - 65 weight sections which have the mean particle diameter of about 0.1-1.0 micrometers is desirable. The porosity ceramic member 20 which manufactured the ceramic powder of such a combination as a raw material is because it has the open pore whose average pore diameter is 1-40 micrometers and particulate uptake can be performed good.

[0047] It is not limited especially as the above-mentioned binder, for example, methyl cellulose, a carboxymethyl cellulose, hydroxyethyl cellulose, a polyethylene glycol, phenol resin, an epoxy resin, etc. can be mentioned. The loadings of the above-mentioned binder usually have desirable 1 - 10 weight section extent to the above-mentioned silicon carbide powder 100 weight section.

[0048] It is not limited especially as the above-mentioned dispersion-medium liquid, for example, alcohol [, such as an organic solvent; methanol,], such as benzene, water, etc. can be mentioned. Optimum dose combination of the above-mentioned dispersion-medium liquid is carried out so that the viscosity of the above-mentioned resin may become fixed within the limits.

[0049] Next, the process which obturates the above-mentioned through tube of the produced ceramic Plastic solid in the shape of an obturation pattern with a restoration paste as an obturation process is performed. In this case, some through tubes are obturated with a restoration paste by contacting the through tube of a ceramic Plastic solid in the mask with which puncturing was formed in the shape of an obturation pattern, and making a restoration paste invade into it from puncturing of the above-mentioned mask at the above-mentioned through tube.

[0050] Or it will not be the mixed constituent and this appearance which were used as the above-mentioned restoration paste on the occasion of manufacture of a ceramic Plastic solid, what added the dispersion medium further to the above-mentioned mixed constituent is desirable.

[0051] Next, the process which pyrolyzes the resin in the ceramic Plastic solid produced by the above-mentioned process as a cleaning process is performed. At this cleaning process, after laying the above-mentioned ceramic Plastic solid on the fixture for cleaning, it carries in to a cleaning furnace and usually heats at 400-650 degrees C under an oxygen content ambient atmosphere. Thereby, while resinous principles, such as a binder, vaporize, it decomposes and disappears and only ceramic powder remains mostly.

[0052] Next, the process which lays the degreased ceramic Plastic solid on the fixture for baking, and calcinates it as a baking process is performed. At this baking process, the porosity ceramic member of the shape of a column by which the through tube of a large number as shown in drawing 3 separated the septum, and was installed in the longitudinal direction side by side is manufactured by heating the ceramic Plastic solid degreased at 2000-2200 degrees C under inert gas ambient atmospheres, such as nitrogen and an argon, and making ceramic powder sinter.

[0053] In addition, at a series of processes of resulting [from a cleaning process] in a baking process, the above-mentioned ceramic Plastic solid is carried on the fixture for baking, and it is desirable to perform a cleaning process and a baking process as it is. It is because it can prevent that can perform a cleaning process and a baking process efficiently, and carry, and a ceramic Plastic solid gets damaged in a substitute etc.

[0054] By passing through each process explained above, many through tubes separate a septum, it is installed in a longitudinal direction side by side, and the porosity ceramic member constituted so that the above-mentioned septum might function as a filter can be manufactured. Then, the ceramic structure concerning this invention can be manufactured by performing the union process of the porosity ceramic member mentioned above.

[0055] Since the manufacture approach of the ceramic structure of this invention is a thing including the process which repeats the process which carries out the laminating of other porosity ceramic members, and finishes setting up a hollow clay building block after forming an adhesives paste layer in the side face of a porosity ceramic member so that it may become 60% or more of the gross area of this side face as explained above, neither a cavity nor a clearance occurs in the glue line of the ceramic structure to manufacture. Therefore, since the adhesive strength of a glue line will become uniform, while becoming the thing excellent in the reinforcement of the ceramic structure, thermal conductivity is uniform and the ceramic structure which is hard to damage can be manufactured.

[0056]

[Example] Although an example is hung up over below and this invention is explained to it in more detail, this invention is not limited only to these examples.

[0057] The mixed constituent of a raw material was prepared by blending the alpha mold silicon carbide powder 70 weight section with example 1 mean particle diameter of 10 micrometers, the beta mold silicon carbide powder 30 weight section with a mean particle diameter of 0.7 micrometers, the methyl cellulose 5 weight section, the dispersant 4 weight section, and the water 20 weight section, and mixing to homogeneity. The extruding press machine was filled up with this mixed constituent, and the silicon carbide Plastic solid of a honeycomb configuration was produced in a part for extrusion rate/of 2cm. This silicon carbide Plastic solid is the same as that of the porosity ceramic member 20 shown in drawing 3 almost, that magnitude is ** 34mmx34mmx254mm, and, for an average pore diameter, the number of 1-40 micrometers and through tubes is 2 31 pieces/cm. The thickness of a septum was 0.35mm.

[0058] The porosity silicon carbide member was manufactured by drying this silicon carbide Plastic solid using the dryer by microwave or hot blast, considering as a silicon carbide Plastic solid desiccation object, degreasing at 450 degrees C, after using the above-mentioned mixed constituent and the bulking agent paste of this component for this desiccation object and filling it up with a bulking agent in the predetermined part of the through tube of a silicon carbide sintered compact, and carrying out heating baking at 2200 degrees C further.

[0059] Next, 30.2 % of the weight of silicon carbide powder with a mean particle diameter of 0.3 micrometers and 39 % of the weight of water were mixed and kneaded [as 7 % of the weight (the content of SiO₂ in a sol: 30 % of the weight) of silica sols, and an organic binder] as an inorganic binder as 23.3 % of the weight (shot content of 3%, fiber length of 0.1-100mm) of silica-alumina ceramic fiber, and an inorganic particle as 0.5 % of the weight of carboxymethyl celluloses, and an inorganic fiber, and the adhesives paste was prepared.

[0060] Next, the adhesives paste layer was applied to the side face of a porosity silicon carbide member which manufactured by the approach explained with the gestalt of the above-mentioned implementation using the above-mentioned paste for glue lines. And after having repeated the process from this adhesives paste layer spreading to the laminating of a porosity silicon carbide member, finishing setting up four length and the porosity silicon carbide member of four width and using an adhesives paste layer as an adhesives layer, it considered as the glue line by drying and stiffening the above-mentioned adhesives layer in 100 degrees C and 1 hour, and the layered product of a ceramic member was produced.

[0061] in addition, the spreading area of the above-mentioned adhesives paste layer [as opposed to / the regurgitation rate of an adhesives paste at the time of applying the above-mentioned adhesives paste layer is / 18g and the thickness of 144.4 mm/sec and coverage / 1.0mm, and / the gross area (8636mm²) of the side face of a porosity silicon carbide member] -- 7600mm² it is -- it was about 88% of the gross area of the side face of a porosity silicon carbide member. moreover, the above-mentioned glue line formation area after an assembly -- 8636mm² it is -- it was 100% of the gross area of the side face of a porosity silicon carbide member.

[0062] This produced hollow clay building block was cut with a diameter of 143mm in the shape of a cylinder using the diamond cutter, the layer of a sealant which becomes that periphery section from the same presentation as the above-mentioned glue line was formed, and the ceramic structure which consists of porosity silicon carbide was manufactured by drying the above-mentioned sealant.

[0063] The ceramic structure which it considered as the configuration as shown in drawing 4 (a) using the mouthpiece as shown in drawing 4 (b) when applying an adhesives paste layer to the side

face of an example of comparison 1 porosity silicon carbide member, and also consists of porosity silicon carbide like an example 1 was manufactured.

[0064] in addition, the spreading area of the adhesives paste layer concerning this example 1 of a comparison to the gross area (8636mm²) of the side face of the above-mentioned porosity silicon carbide member -- 4500mm² it is -- it was about 52% of the gross area of the side face of a porosity silicon carbide member. moreover, the glue line formation area after the assembly concerning this example 1 of a comparison -- about 7550 -- mm² it is -- it was about 87% of the gross area of the side face of the above-mentioned porosity silicon carbide member.

[0065] After performing heating and the thermo-cycle trial (100 times) which repeats cooling to room temperature -900 degree C to the ceramic structure which consists of porosity silicon carbide manufactured in the example 1 and the example 1 of a comparison, the above-mentioned ceramic structure was cut and the existence of a crack was checked.

[0066] The ceramic structure concerning an example 1 was what a crack does not occur by the cold energy cycle added repeatedly, and has uniform thermal conductivity as a result of the thermo-cycle trial. On the other hand, the ceramic structure concerning the example 1 of a comparison was what a crack occurs by the cold energy cycle added repeatedly, and has variation in the heat conductivity.

[0067] Next, the approach shown below estimated the bond strength of the glue line of the ceramic structure concerning an example 1 and the example 1 of a comparison.

[0068] First, the combination which two porosity silicon carbide members combined through the glue line was manufactured using the formation approach of the adhesives paste layer shown in the example 1, this combination was cut in the direction perpendicular to the side face of a porosity silicon carbide member, and ten test pieces 50 whose thickness is 25mm were produced. Similarly, ten test pieces were produced using the formation approach of the adhesives paste layer shown in the example 1 of a comparison.

[0069] It laid so that the field where the through tube was formed on the base 55 which was made to estrange each ten test pieces concerning the example 1 and the example 1 of a comparison which were produced, and has arranged them might turn into a vertical side, then the load was applied to glue line 51 main part, the load (breaking load) when peeling arises in a glue line 51 was measured, and the average value and variation were searched for. In addition, asking for standard deviation estimated the variation in a breaking load (refer to drawing 6). The result was shown in the following table 1.

[0070]

[Table 1]

		破壊荷重 (N)			破壊荷重 (N)
実施例 1	試験片 1	2 8 3 . 5 1	比較例 1	試験片 1	1 8 2 . 4 8
	試験片 2	2 7 0 . 8 7		試験片 2	2 2 0 . 7 9
	試験片 3	2 8 7 . 0 4		試験片 3	2 1 9 . 5 2
	試験片 4	2 9 2 . 8 2		試験片 4	2 2 2 . 8 5
	試験片 5	3 2 1 . 6 4		試験片 5	2 5 0 . 1 0
	試験片 6	2 8 8 . 5 1		試験片 6	2 4 0 . 2 0
	試験片 7	2 8 4 . 8 9		試験片 7	1 3 2 . 3 0
	試験片 8	3 0 8 . 6 0		試験片 8	2 8 7 . 2 4
	試験片 9	2 5 0 . 4 9		試験片 9	2 1 2 . 1 7
	試験片 1 0	2 8 9 . 9 8		試験片 1 0	2 6 6 . 1 7
	平均値	2 8 7 . 8 4		平均値	2 2 3 . 3 8
	バラツキ	1 9 . 1 9		バラツキ	4 3 . 4 9

注) バラツキは、実施例及び比較例における各破壊荷重の標準偏差である。

[0071] The breaking loads of the ceramic structure concerning an example 1 were 250.49-321.64N, the average value was 287.84Ns, and the variation (standard deviation) was 19.19 so that more clearly than the result shown in Table 1. On the other hand, the breaking loads of the ceramic structure concerning the example 1 of a comparison were 132.30-287.24N, the average value was 223.38Ns, and the variation (standard deviation) was 43.49. That is, the ceramic structure concerning an example 1 was excellent in the bond strength, and the variation was also smaller than the ceramic structure concerning the example 1 of a comparison.

[0072]

[Effect of the Invention] As mentioned above, since it is as having mentioned above, the manufacture approach of the ceramic structure of this invention can form without a clearance the glue line which bands a porosity ceramic member together between these porosity ceramic members, and can manufacture the ceramic structure excellent in thermal conductivity and reinforcement, as explained.

[Translation done.]

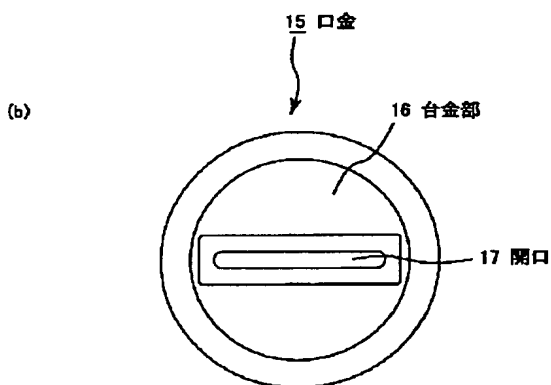
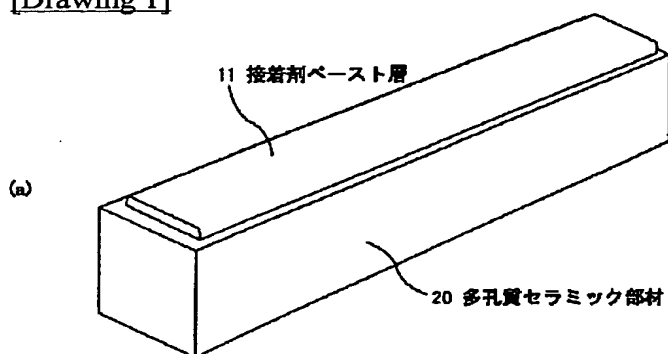
* NOTICES *

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

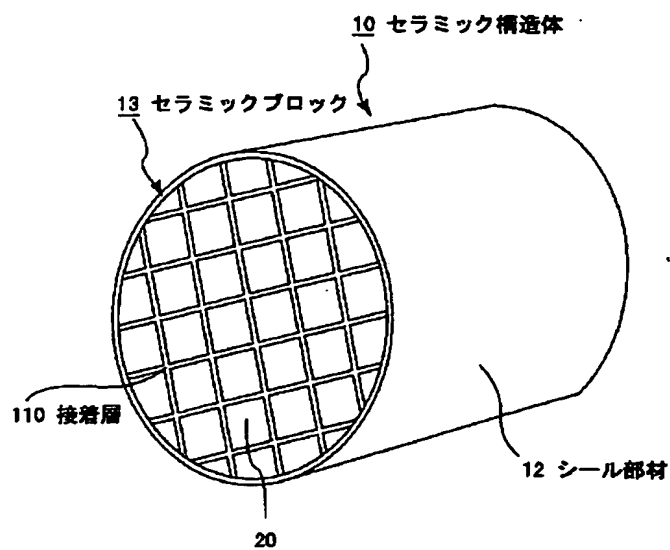
1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DRAWINGS

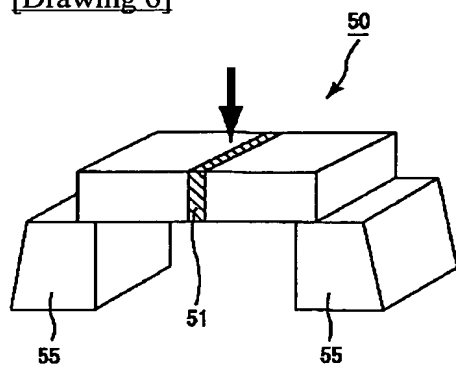
[Drawing 1]



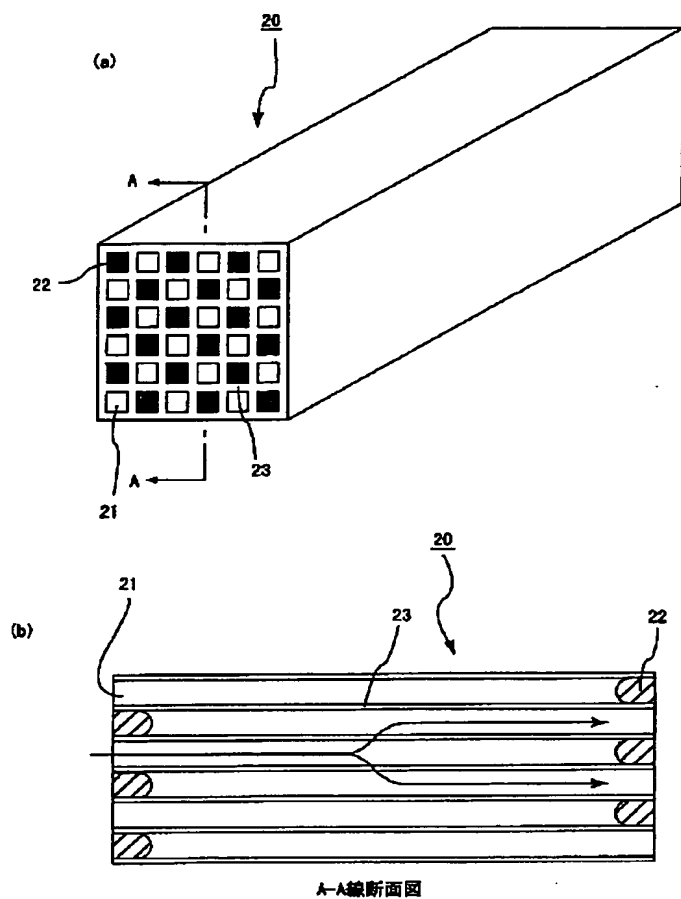
[Drawing 2]



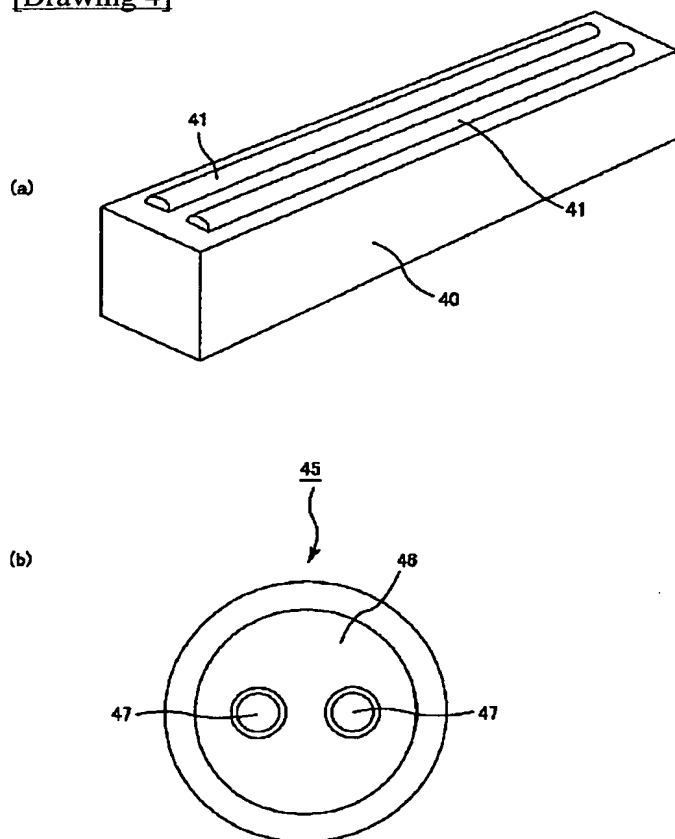
[Drawing 6]



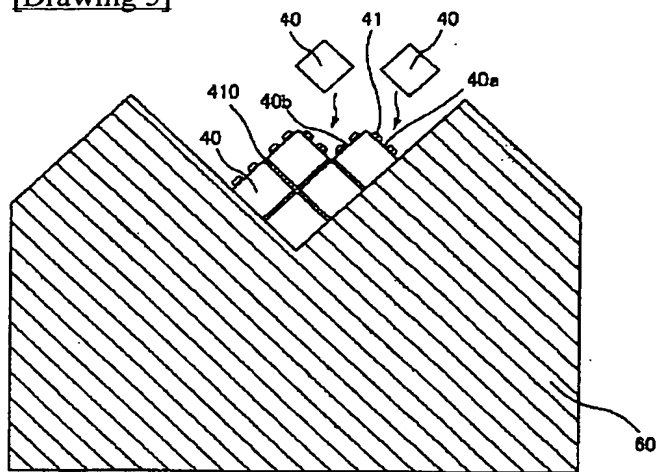
[Drawing 3]



[Drawing 4]



[Drawing 5]



[Translation done.]